

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-047552

(43)Date of publication of application : 26.02.1993

(51)Int.Cl.

H01F 10/14
G22C 38/00
H01F 41/18

(21)Application number : 03-206051

(71)Applicant : SONY CORP

(22)Date of filing : 16.08.1991

(72)Inventor : SHOJI MITSU HARU
KATORI KENJI
OMORI HIROYUKI
HAYASHI KAZUHIKO
ASO KOICHI

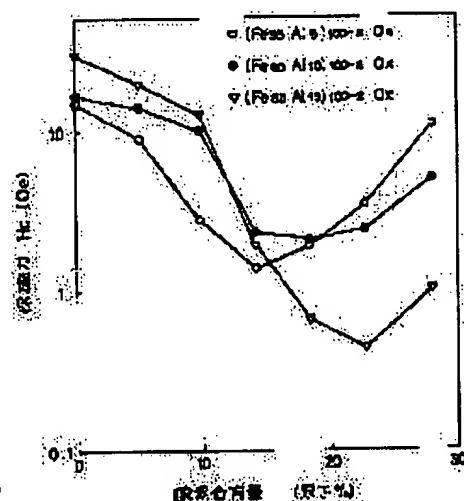
(54) SOFT MAGNETIC THIN FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a soft magnetic thin film which is high in saturation magnetic flux density and displays enough soft magnetic properties even after it is thermally treated at a high temperature by a method wherein the magnetic thin film concerned is formed of material which is represented by a composition formula, $(\text{FeaMb})100-x\text{Ox}$, in a prescribed range of composition and set smaller in average crystal grain diameter than a specific value.

CONSTITUTION: A soft magnetic thin film is formed of material which is represented by a composition formula, $(\text{FeaMb})100-x\text{Ox}$, where the range of composition is so set as to satisfy formulas, $70 \leq a \leq 100$, $0.1 \leq b \leq 300$ and $a+b=100$, and set to 600Å or below in average crystal grain diameter. Here, M is at least an element selected from Si, Al, Ti, Ta, Nb, Ga, V, W, and Y, and a, b, and x denote the rates (atom%) of elements respectively.

For instance, in a soft magnetic thin film whose composition is represented by a formula, $(\text{Fe}95\text{Al}5)100-x\text{Ox}$, $(\text{Fe}90\text{Al}10)100-x\text{Ox}$, and $(\text{Fe}85\text{Al}15)100-x\text{Ox}$, where x is so set to satisfy a relation, $0 \leq x \leq 30$, the thin film is made to change in average crystal grain diameter by changing it in oxygen content. The change of the film concerned in coercive force H_c with the change in average crystal grain diameter is shown by the graph, where the coercive force H_c is minimal at oxygen content of 15-20atom%.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

BEST AVAILABLE COPY

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to an improvement of the soft magnetic characteristics of the soft magnetism thin film which uses especially Fe as a principal component about the soft magnetism thin film used for a magnetic-head ingredient etc.

[0002]

[Description of the Prior Art] High saturation-magnetic-flux-density-ization is demanded of the head ingredient of the magnetic head used for record playback as high coercive force-ization of a magnetic-recording medium progresses. Since the soft magnetism thin film (Fe base soft magnetism thin film) which uses Fe as a principal component is the ingredient developed from such a background and it is the ingredient which has high saturation magnetic flux density by leaps and bounds compared with the ferrite currently conventionally used abundantly as a head ingredient, research as a magnetic-head ingredient for high definition VTR is advanced.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] By the way, it is said that crystalline substance soft magnetic materials are generally excellent in thermal stability compared with amorphous soft magnetic materials, and the above-mentioned Fe base soft magnetism thin film is not an exception, either. However, in order to acquire the dependability which was excellent in the case of the bulk mold magnetic head, for example, although it is required on the occasion of the manufacture that the soft magnetic characteristics which an about 550-degree C glass fusing process is required for, and were excellent also after heat-treating in such an elevated temperature should be demonstrated, when it sees from this viewpoint, the thermal stability of said Fe base soft magnetism thin film cannot necessarily be said to be sufficient thing.

[0004] Then, this invention has high saturation magnetic flux density, and aims at offering the soft magnetism thin film which moreover demonstrates soft magnetic characteristics sufficient also after heat-treating in an elevated temperature. Furthermore, this invention is excellent in thermal stability, and aims at offering the soft magnetism thin film [the glass welding in an elevated temperature is possible and] which can realize the highly reliable magnetic head.

[0005]

[Means for Solving the Problem] As a result of repeating examination wholeheartedly with what does not attain the above-mentioned purpose, this invention person etc. is introducing oxygen, in case Fe base soft magnetism thin film's is formed, and making detailed crystal grain of formed Fe base soft magnetism thin film, and came to acquire knowledge that soft magnetic characteristics sufficient also after heat-treating in an elevated temperature are discovered in the presentation which shows high saturation magnetic flux density.

[0006] this invention is completed based on such knowledge -- having -- $100(\text{Fea Mb})-x \text{ Ox}$ [-- however, at least one sort as which M was chosen from Si, aluminum, Ti, Ta, Nb, Ga, V, W, and Y -- expressing -- a, b, and x -- each element -- comparatively (atomic %) -- expressing .] It is expressed with the becoming empirical formula, and while the presentation range is $70 \leq a \leq 1000$ $\leq b \leq 300$ $\leq x \leq 30$ $a+b=100$, it is characterized by the diameter of average crystal grain being 600Å or less.

[0007] Here, the soft magnetism thin film used as the base may consist of only Fe(s), and may add at least one sort chosen as Fe from Si, aluminum, Ti, Ta, Nb, Ga, V, W, and Y. In the case of the latter, when it is set up from a viewpoint of magnetic properties and the rate of these alloying elements exceeds 30 atom %, it is difficult for the addition of each element to make saturation magnetic flux density and permeability into a high value. On the other hand, if oxygen (x) was decided from a viewpoint of soft magnetic characteristics and this rate increases too much not much, it will become difficult to maintain low coercive force and high permeability (if 30 atom % is exceeded).

[0008] Moreover, although membranes are formed by technique, such as sputtering, and vacuum deposition, ion plating, it is necessary to make membrane formation conditions proper, and the soft magnetism thin film of this invention needs to make the diameter of average crystal grain of the soft magnetism thin film obtained 600Å or less while introducing oxygen into the film. When the soft magnetic characteristics of the soft magnetism thin film obtained are influenced greatly and the diameter of average crystal grain exceeds 600Å, it is difficult for this diameter of average

crystal grain to attain low coercive force-ization. What is necessary is just to use an oxide for a target as the technique of introducing oxygen at the time of membrane formation that what is necessary is just to introduce oxygen gas into a membrane formation ambient atmosphere, for example.

[0009]

[Function] In case Fe base soft magnetism thin film is formed, by introducing oxygen, making crystal grain detailed and making the diameter of average crystal grain into 600Å or less, soft magnetic characteristics are improved sharply, and also after heat-treating in an elevated temperature, coercive force becomes a thing small enough. And high saturation magnetic flux density is maintained.

[0010]

[Example] Hereafter, the concrete example which applied this invention is explained to a detail based on an experimental result.

[0011] The example of the one example experiment of an experiment introduces oxygen into the FeAl alloy film which is one of the Fe base soft magnetism thin films, and investigates the effect on soft magnetic characteristics. First, DC sputter which used the Fe-aluminum alloy target (diameter of 100mm) performed membrane formation of a soft magnetism thin film. Installation of oxygen was performed by introducing the mixed gas of Ar and oxygen (O₂) into a sputter ambient atmosphere. The sputter conditions at the time of membrane formation are as follows.

Introductory gas : Ar+O₂+N₂ Sputtering gas ** : 0.27Pa injection power : 300W thickness : 3

micrometers [0012] According to the above sputter conditions, the amount of installation of oxygen was changed, various soft magnetism thin films were formed, and coercive force H_c (value after degrees C [550] and annealing of 1 hour) was measured. In addition, said coercive force H_c was measured with the B-H loop-formation marker. Moreover, although measured with the oscillating sample mold magnetometer (VSM) also about saturation magnetic flux density B_s, all were about 17 kG(s).

[0013] drawing 1 -- 100(Fe95aluminum5)-x Ox, 100(Fe90aluminum10)-x Ox, and 100(Fe85aluminum15)-x Ox (all are 0<=x<=30) -- in the soft magnetism thin film which has a presentation, signs that the diameter of average crystal grain changes and coercive force H_c changes in connection with this are illustrated by changing the amount of oxygen. Coercive force H_c is declining as an oxygen content increases, and it shows the minimal value especially at the time of 15 - 20 atom %.

[0014] Oxygen was introduced into the example 2 of an experiment, next the FeNb alloy film, and the effect on soft magnetic characteristics was investigated. Membrane formation conditions are the same as that of the example 1 of an experiment, and changed only the target presentation. Moreover, the sample measured here is two kinds, 100(Fe90Nb10)-x Ox and 100(Fe85Nb15)-x Ox (all are 0<=x<=30).

[0015] The oxygen content and coercive force H_c (value after degrees C [550] and annealing of 1 hour) in the film are shown in drawing 2 . Also in a FeNb alloy, it turns out like the case of a FeAl alloy that oxygen is drawing good soft magnetic characteristics. The system to which such a phenomenon added Si, Ti, Ta, Ga, V, W, and Y to Fe was also checked.

[0016] In the example of the three example experiment of an experiment, the diameter of average crystal grain and coercive force H_c (value after degrees C [550] and annealing of 1 hour) were measured about the typical sample. A result is carried to Table 1. Although these samples were produced by each changing a target presentation and the amount of installation of oxygen according to previous sputter conditions, about the sample 6, sputtering gas ** was made high and they formed membranes. In addition, it asked for said diameter of average crystal grain by the formula of Scherrer from the main full width at half maximum based on the X diffraction pattern. This value was mostly in agreement with the value calculated from observation of the film by the transmission electron microscope.

[0017]

[Table 1]

[0018] The samples 1-3 (equivalent to an example) which introduced the oxygen of optimum dose and made the diameter of average crystal grain the small thing had the very small coercive force H_c after heat treatment, and demonstrated good soft magnetic characteristics so that clearly also from this table. On the other hand, the samples 4 and 5 (equivalent to the example of a

comparison) from which oxygen is not introduced but the diameter of average crystal grain serves as a big value showed the value with the as big coercive force H_c after heat treatment as 20. Similarly, even if it introduces oxygen, since the conditions are unsuitable, also about the sample 6 from which the diameter of average crystal grain serves as a big value, coercive force H_c serves as a high value, and degradation of soft magnetic characteristics is seen.

[0019]

[Effect of the Invention] Since oxygen was introduced into Fe base soft magnetism thin film and crystal grain is made detailed in this invention so that clearly also from the above explanation, coercive force is remarkably improvable, the coercive force after heat treatment in an elevated temperature is small, and it is possible to offer the soft magnetism thin film which moreover has high saturation magnetic flux density. Therefore, it is possible to realize the magnetic head which the reliable glass fusing process of can become possible, can respond to a high coercive force magnetic-recording medium, and moreover has high-reliability.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-47552

(43)公開日 平成5年(1993)2月26日

(51)Int.Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 10/14		7371-5E		
C 2 2 C 38/00	3 0 3 S	7325-4K		
H 0 1 F 41/18		7371-5E		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平3-206051

(22)出願日 平成3年(1991)8月16日

(71)出願人 000002185

ソニー株式会社

東京都品川区北品川6丁目7番35号

(72)発明者 庄子 光治

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内

(72)発明者 香取 健二

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内

(72)発明者 大森 広之

東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内

(74)代理人 弁理士 小池 晃 (外3名)

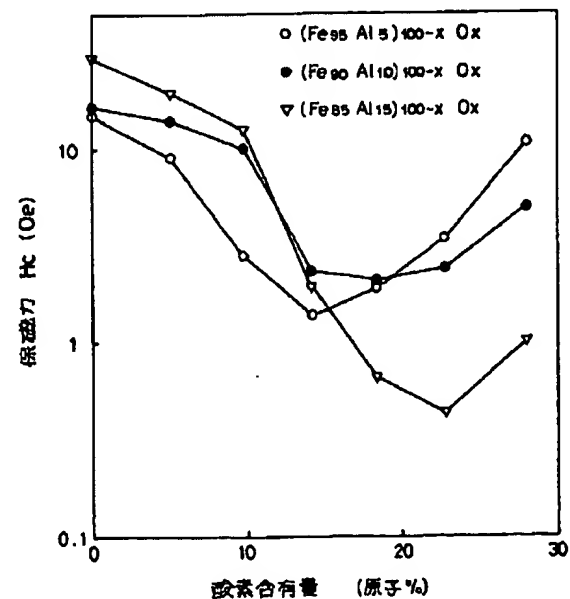
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 軟磁性薄膜

(57)【要約】

【目的】 高温での熱処理後にも低い保磁力を示し、しかも高飽和磁束密度を有する軟磁性薄膜を提供する。

【構成】 Feベース軟磁性薄膜に、適量の酸素を導入し、結晶粒を微細化する。微細化された結晶粒径は、600Å以下である。また、酸素の導入量は、30原子%以下とする。Feベース軟磁性薄膜は、Fe単独からなるものであってもよいし、FeにSi、Al、Ti、Ta、Nb、Ga、V、W、Yから選ばれた少なくとも1種を添加したものであってもよい。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 $(Fe_a Mb)_ {100-x} O_x$ [ただし、MはSi、Al、Ti、Ta、Nb、Ga、V、W、Yより選ばれた少なくとも1種を表し、a、b、xは各元素の割合（原子%）を表す。]なる組成式で表され、その組成範囲が

$$70 \leq a \leq 100$$

$$0 \leq b \leq 30$$

$$0 \leq x \leq 30$$

$$a + b = 100$$

であるとともに、平均結晶粒径が600Å以下であることを特徴とする軟磁性薄膜。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、磁気ヘッド材料等に利用される軟磁性薄膜に関するものであり、特にFeを主成分とする軟磁性薄膜の軟磁気特性の改善に関するものである。

【0002】

【従来の技術】磁気記録媒体の高保磁力化が進むにつれ、記録再生に使用する磁気ヘッドのヘッド材料には高飽和磁束密度化が要求されている。Feを主成分とする軟磁性薄膜（Feベース軟磁性薄膜）は、このような背景から開発された材料であり、従来ヘッド材料として多用されているフェライトに比べて飛躍的に高い飽和磁束密度を有する材料であることから、高画質VTR用の磁気ヘッド材料としての研究が進められている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】ところで、一般に結晶質軟磁性材料は非晶質軟磁性材料に比べて熱安定性に優れると言われており、前述のFeベース軟磁性薄膜も例外ではない。しかしながら、例えばバルク型磁気ヘッドの場合、優れた信頼性を得るためにはその製造に際して550℃程度のガラス融着工程が必要であり、このような高温での熱処理後にも優れた軟磁気特性を発揮することが要求されるが、かかる観点から見た場合、前記Feベース軟磁性薄膜の熱安定性は必ずしも十分なものとは言えない。

【0004】そこで本発明は、高飽和磁束密度を有し、しかも高温での熱処理後にも十分な軟磁気特性を発揮する軟磁性薄膜を提供することを目的とする。さらに本発明は、熱安定性に優れ、高温でのガラス融着が可能で、高信頼性の磁気ヘッドを実現することが可能な軟磁性薄膜を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、前述の目的を達成せんものと鋭意検討を重ねた結果、Feベース軟磁性薄膜を成膜する際に酸素を導入し、成膜されたFeベース軟磁性薄膜の結晶粒を微細化することで、高飽和磁束密度を示す組成において、高温での熱処理後にも

十分な軟磁気特性が発現されるとの知見を得るに至った。

【0006】本発明は、このような知見にもとづいて完成されたものであって、 $(Fe_a Mb)_ {100-x} O_x$ [ただし、MはSi、Al、Ti、Ta、Nb、Ga、V、W、Yより選ばれた少なくとも1種を表し、a、b、xは各元素の割合（原子%）を表す。]なる組成式で表され、その組成範囲が

$$70 \leq a \leq 100$$

$$0 \leq b \leq 30$$

$$0 \leq x \leq 30$$

$$a + b = 100$$

であるとともに、平均結晶粒径が600Å以下であることを特徴とするものである。

【0007】ここで、ベースとなる軟磁性薄膜は、Feのみから構成されてもよいし、FeにSi、Al、Ti、Ta、Nb、Ga、V、W、Yより選ばれた少なくとも1種を添加したものであってもよい。後者の場合、各元素の添加量は、磁気特性の観点から設定され、これら添加元素の割合が30原子%を越えると飽和磁束密度や透磁率を高い値とすることは難しい。一方、酸素（x）は、軟磁気特性の観点から決められたもので、この割合があまり多くなりすぎると（30原子%を越えると）、低保磁力、高透磁率を維持することが難しくなる。

【0008】また、本発明の軟磁性薄膜は、スパッタリングや真空蒸着、イオンプレーティング等の手法により成膜されるが、膜中に酸素を導入するとともに、成膜条件を適正なものとし、得られる軟磁性薄膜の平均結晶粒径を600Å以下とする必要がある。この平均結晶粒径は、得られる軟磁性薄膜の軟磁気特性に大きく影響し、平均結晶粒径が600Åを越えると、低保磁力化を図ることが難しい。成膜時に酸素を導入する手法としては、例えば酸素ガスを成膜雰囲気中に導入すればよく、あるいはターゲットに酸化物を用いればよい。

【0009】

【作用】Feベース軟磁性薄膜を成膜する際に、酸素を導入して結晶粒を微細化し、平均結晶粒径を600Å以下とすることにより、軟磁気特性が大幅に改善され、高温での熱処理後にも保磁力が十分に小さなものとなる。しかも高飽和磁束密度が維持される。

【0010】

【実施例】以下、本発明を適用した具体的な実施例について、実験結果にもとづいて詳細に説明する。

【0011】実験例1

本実験例は、Feベース軟磁性薄膜の1つであるFe-Al合金膜に酸素を導入し、軟磁気特性への影響を調べたものである。まず、軟磁性薄膜の成膜はFe-Al合金ターゲット（直径100mm）を用いたDCスパッタにより行った。酸素の導入は、スパッタ雰囲気中にArと

酸素 (O_2) の混合ガスを導入することにより行った。
成膜時のスパッタ条件は下記の通りである。

導入ガス : $Ar + O_2 + N_2$
スパッタガス圧 : $0.27 Pa$
投入電力 : $300 W$
膜厚 : $3 \mu m$

【0012】以上のスパッタ条件に従い、酸素の導入量を変えて各種軟磁性薄膜を成膜し、保磁力 H_c ($550^\circ C$ 、1時間のアニール後の値)を測定した。なお、前記保磁力 H_c は、B-Hループトレーサによって測定した。また、飽和磁束密度 B_s についても振動試料型磁力計 (VSM) により測定したが、いずれもほぼ $17 kG$ であった。

【0013】図1は、 $(Fe_{95}Al_5)_{100-x}O_x$ 、 $(Fe_{90}Al_{10})_{100-x}O_x$ 、 $(Fe_{85}Al_{15})_{100-x}O_x$ (いずれも $0 \leq x \leq 30$) なる組成を有する軟磁性薄膜において、酸素量を変化させることによって平均結晶粒径が変化し、これに伴って保磁力 H_c が変化する様子を図示したものである。保磁力 H_c は、酸素含有量が增加するにつれて低下しており、特に $15 \sim 20$ 原子% のとき、極小値を示している。

【0014】実験例2

次に、 $FeNb$ 合金膜に酸素を導入し、軟磁気特性への

影響を調べた。成膜条件は実験例1と同様であり、ターゲット組成のみ変更した。また、ここで測定したサンプルは、 $(Fe_{90}Nb_{10})_{100-x}O_x$ 、 $(Fe_{85}Nb_{15})_{100-x}O_x$ (いずれも $0 \leq x \leq 30$) の2種類である。

【0015】膜中の酸素含有量と保磁力 H_c ($550^\circ C$ 、1時間のアニール後の値)を図2に示す。 $FeNb$ 合金においても、 $FeAl$ 合金の場合と同様、酸素が良好な軟磁気特性を導き出していることがわかる。このような現象は、 Fe に Si 、 Ti 、 Ta 、 Ga 、 V 、 W 、 Y を添加した系でも確認された。

【0016】実験例3

本実験例では、代表的なサンプルについて、平均結晶粒径と保磁力 H_c ($550^\circ C$ 、1時間のアニール後の値)を測定した。結果を表1に掲載する。これらサンプルは、いずれも先のスパッタ条件に従いターゲット組成や酸素の導入量を変えることによって作製したものであるが、サンプル6については、スパッタガス圧を高くして成膜した。なお、前記平均結晶粒径は、X線回折パターンを基に、主ピークの半値幅から $Scherrer$ の式により求めた。この値は、透過型電子顕微鏡による膜の観察から求められた値とほぼ一致した。

【0017】

【表1】

	組成 (数値は原子%)	平均結晶粒径 (\AA)	保磁力 (Oe)
サンプル1	$(Fe_{95}Si_{15})_{95}O_5$	430	2.4
サンプル2	$(Fe_{95}Al_{15})_{97}O_{13}$	143	0.43
サンプル3	$(Fe_{90}Nb_{10})_{95}O_5$	402	1.9
サンプル4	Fe	850	20
サンプル5	$Fe_{95}Al_{15}$	1000	20
サンプル6	$Fe_{90}O_{10}$	830	20

【0018】この表からも明らかなように、適量の酸素を導入して平均結晶粒径を小さなものとしたサンプル1~3 (実施例に相当) は、熱処理後の保磁力 H_c が非常に小さく、良好な軟磁気特性を発揮した。これに対して、酸素を導入せず平均結晶粒径が大きな値となっているサンプル4、5 (比較例に相当) は、熱処理後の保磁力 H_c が20と大きな値を示した。同様に、酸素を導入しても条件が不適切なために平均結晶粒径が大きな値となっているサンプル6についても、保磁力 H_c は高い値となっており、軟磁気特性の劣化が見られる。

【0019】

【発明の効果】以上の説明からも明らかなように、本発明においては、 Fe ベース軟磁性薄膜に酸素を導入して

結晶粒を微細化しているので、保磁力を著しく改善することができ、高温での熱処理後の保磁力が小さく、しかも高飽和磁束密度を有する軟磁性薄膜を提供することが可能である。したがって、信頼性の高いガラス融着工程が可能となり、高保磁力磁気記録媒体に対応可能で、しかも高信頼性を有する磁気ヘッドを実現することが可能である。

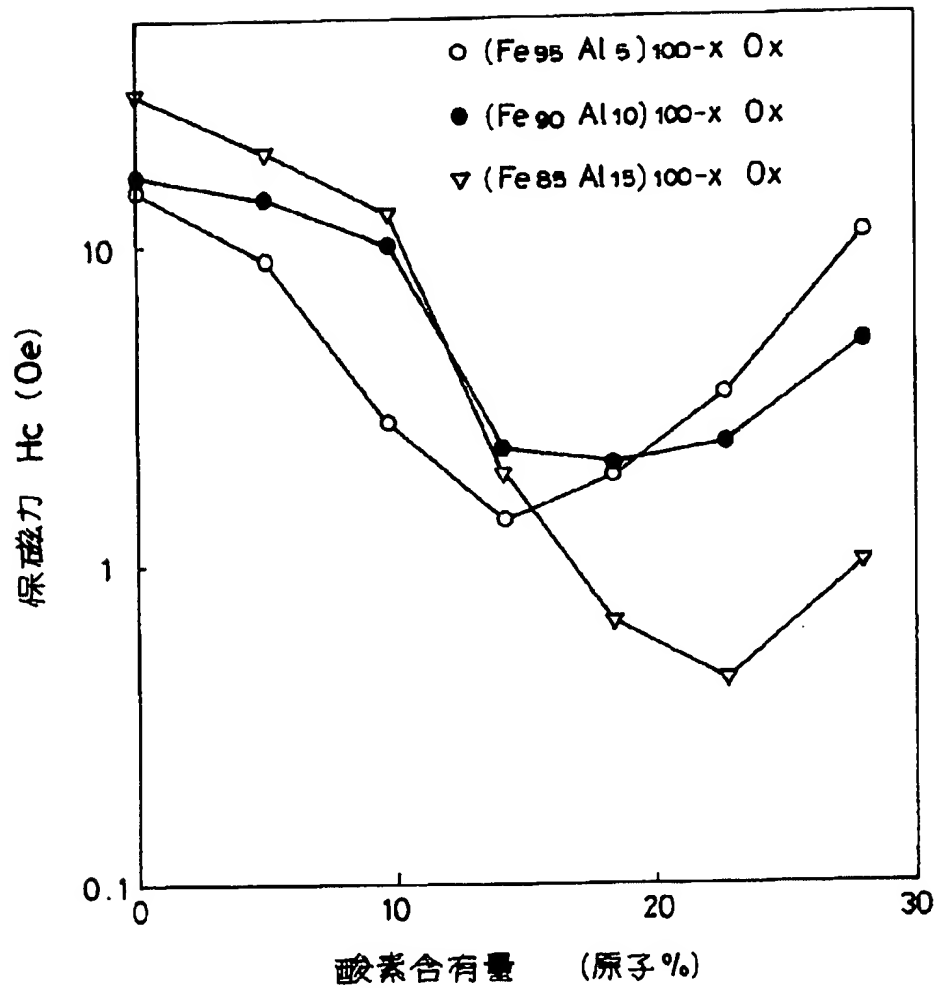
【図面の簡単な説明】

【図1】 $FeAl$ 系合金における酸素含有量と保磁力 H_c ($550^\circ C$ 、1時間アニール後) の関係を示す特性図である。

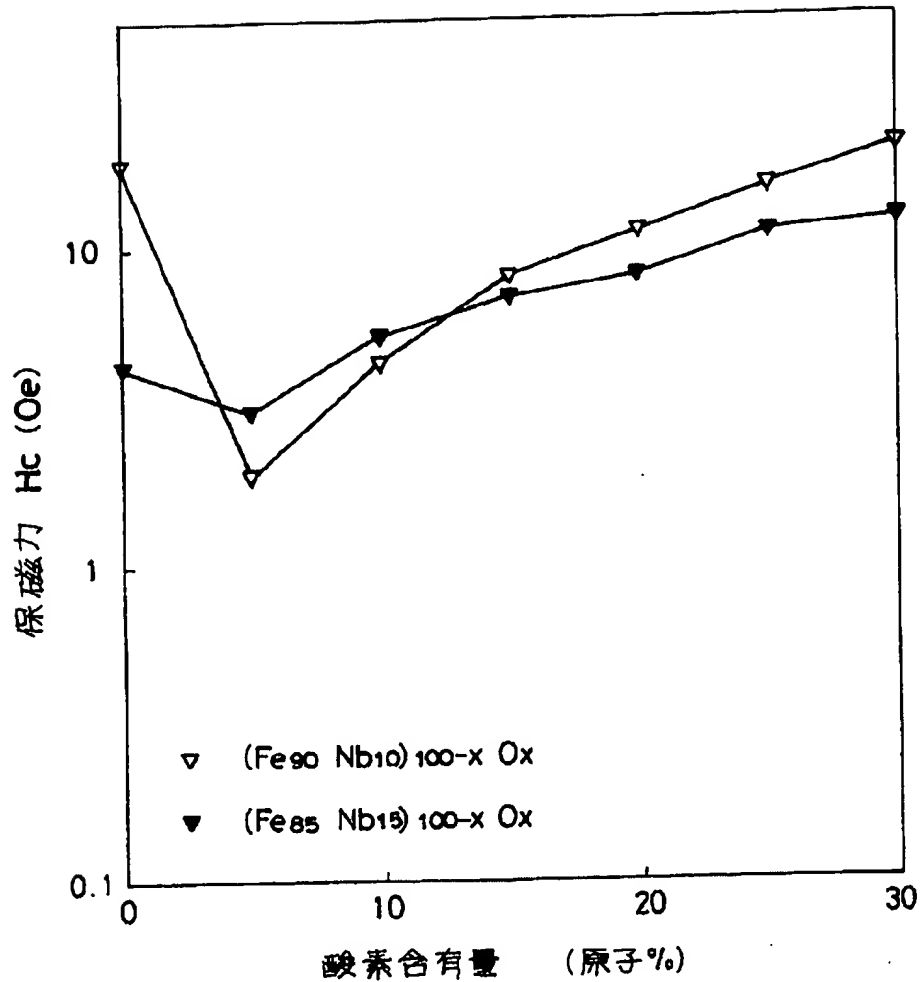
【図2】 $FeNb$ 系合金における酸素含有量と保磁力 H_c ($550^\circ C$ 、1時間アニール後) の関係を示す特性図

である。

【図1】



【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成4年1月8日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正内容】

【0011】実験例1

本実験例は、Feベース軟磁性薄膜の1つであるFeAl合金膜に酸素を導入し、軟磁気特性への影響を調べた

ものである。まず、軟磁性薄膜の成膜はFe-Al合金ターゲット（直径100mm）を用いたDCスパッタにより行った。酸素の導入は、スパッタ雰囲気中にArと酸素（O₂）の混合ガスを導入することにより行った。成膜時のスパッタ条件は下記の通りである。

導入ガス : Ar+O₂

スパッタガス圧 : 0.27Pa

投入電力 : 300W

膜厚 : 3μm

フロントページの続き

(72)発明者 林 和彦
東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ
ー株式会社内

(72)発明者 阿蘇 興一
東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニ
ー株式会社内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.